

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
Please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales Büro

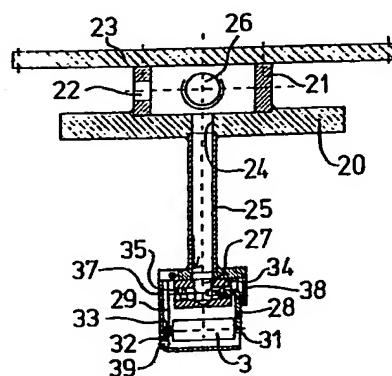


INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 5 : G01N 11/16	A2	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 91/17421 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 14. November 1991 (14.11.91)
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP91/00826		(74) Anwalt: WALLINGER, Michael; Maximilianstraße 58, D-8000 München 22 (DE).
(22) Internationales Anmeldedatum: 30. April 1991 (30.04.91)		
(30) Prioritätsdaten: P 40 13 980.8 1. Mai 1990 (01.05.90) DE		(81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), BE (europäisches Patent), CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (europäisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (europäisches Patent), JP, LU (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäisches Patent), US.
(71) Anmelder (<i>für alle Bestimmungsstaaten ausser US</i>): NO-ACK, Gerhard [DE/DE]; Herzberger Landstraße 11, D-3400 Göttingen (DE).		
(71)(72) Anmelder und Erfinder: BODE, Bertold [DE/DE]; Kirchtal 36, D-3420 Herzberg/Lonau (DE). GUNDRUM, Jürgen [DE/DE]; Siebensternweg 5, D-3392 Clausthal-Zellerfeld (DE).		Veröffentlicht <i>Ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts.</i>

(54) Title: PROCESS AND DEVICE FOR MEASURING THE VISCOSITY OF FLUIDS

(54) Bezeichnung: VORRICHTUNG UND VERFAHREN ZUR MESSUNG DER VISKOSITÄT VON FLUIDEN



(57) Abstract

A device is disclosed for measuring the viscosity of fluids by means of a measurement sensor (3) having a cylindrical piezoelectric base body (2) with four electrodes (5, 51, 6, 61) mutually separated by the same angular distance and arranged on the cylinder envelope in a direction parallel to the cylinder axis. The measurement sensor (3) is retained in a holding device (34) and is linked to an alternative voltage source, the voltage of which is supplied to the electrodes of the measurement sensor in order to generate torsional oscillations. An evaluating unit detects the electric reaction of the measurement sensor to the applied alternative voltage and deduces therefrom a characteristic value to determine the viscosity of the fluid that surrounds the measurement sensor. On each front face of the cylindrical base body (2) of the measurement sensor are arranged two mutually opposite electrodes interconnected by a metal film (7, 8) applied on the front face. A metallic holding element (9, 10) that projects axially outwards is embedded in each front face of the piezoelectric base body. An electrically conductive connection between the metallic holding element (9, 10) and the metal film (7, 8) is ensured by a layer that contains a metal and that is baked at a higher temperature in the connecting zone between the holding element and the metal film.

(57) Zusammenfassung Vorrichtung zur Messung der Viskosität von Fluiden mit einem Meßsensor (3), welcher einen zylindrischen piezoelektrischen Grundkörper (2) mit vier, am Zylindermantel parallel zur Zylinderachse in gleichem Winkelabstand zueinander angeordneten Elektroden (5, 5¹, 6, 6¹) aufweist. Der Meßsensor (3) ist in einer Halteeinrichtung (34) gehalten und mit einer Wechselspannungsquelle verbunden, deren Spannung den Elektroden des Meßsensors zugeführt wird, um diesen zu Torsionsschwingungen anzuregen. Eine Auswerteeinheit ist vorgesehen, welche die elektrische Reaktion des Meßsensors auf die angelegte Wechselspannung erfasst und daraus einen Kennwert zur Ermittlung der Viskosität des den Meßsensor umgebenden Fluids bestimmt. An jeder Stirnseite des zylindrischen Grundkörpers (2) des Meßsensors sind jeweils zwei einander gegenüberliegende Elektroden über einen auf die Stirnseite aufgebrachten Metallfilm (7, 8) mit einander verbunden und es ist an jeder Stirnseite ein axial nach aussen vorspringendes metallisches Halteelement (9, 10) in den piezoelektrischen Grundkörper eingelasen. Eine elektrisch leitfähige Verbindung zwischen dem metallischen Haltelement (9, 10) und dem Metallfilm (7, 8) erfolgt über eine Metall enthaltende Schicht, die bei erhöhter Temperatur im Verbindungsbereich zwischen Haltelement und Metallfilm eingebrannt ist.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	ES	Spanien	MC	Madagaskar
AU	Australien	FI	Finnland	ML	Mali
BB	Barbados	FR	Frankreich	MN	Mongolei
BE	Belgien	GA	Gabon	MR	Mauritanien
BP	Burkina Faso	GB	Vereinigtes Königreich	MW	Malawi
BG	Bulgarien	GN	Guinea	NL	Niederlande
BJ	Benin	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BR	Brasilien	HU	Ungarn	PL	Polen
CA	Kanada	IT	Italien	RO	Rumänien
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	SD	Sudan
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	SN	Senegal
CI	Côte d'Ivoire	LJ	Liechtenstein	SU	Soviet Union
CM	Kamerun	LK	Sri Lanka	TD	Tschad
DE	Deutschland	LU	Luxemburg	TC	Togo
DK	Dänemark	MC	Monaco	US	Vereinigte Staaten von Amerika

Vorrichtung und Verfahren zur Messung der Viskosität von Fluiden

B e s c h r e i b u n g

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung und ein Verfahren zur Messung der Viskosität von Fluiden, insbesondere von Flüssigkeiten und Gasen und ein Verfahren zur Herstellung eines Sensors, der innerhalb der erfindungsgemäßen Vorrichtung und mit dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendet werden kann.

Die Viskosität, die eine physikalische Kenngröße zur Beschreibung des Fließverhaltens von Fluiden darstellt, ist eine der wichtigsten Parameter einer Flüssigkeit. Die Viskosität ist z.B. von entscheidender Bedeutung bei der Auswahl von Schmierstoffen und ist auch eine wichtige Regelgröße bei der Steuerung und Regelung von chemischen und physikalischen Prozessen. Die Definition der dynamischen Viskosität ergibt sich für Newton'sche Flüssigkeiten aus der Newton'schen Schubspannungsgleichung

$$\tilde{\tau} = \eta \cdot (du/dy).$$

In dieser Gleichung ist $\tilde{\tau}$ die Schubspannung, η die Viskosität und du/dy das Geschwindigkeits- oder Schergefälle.

Bekannte Viskosimeter zur Ermittlung der dynamischen oder der auf die Dichte des Fluids bezogenen kinematischen Viskosität sind z.B. Kapillarviskosimeter, Kugelfallviskosimeter und Rotationsviskosimeter. Diese bekannten Viskosimeter haben jedoch den großen Nachteil, daß damit nur kleine Scherfälle du/dy erzeugt werden können. Da die meisten Flüssigkeiten eine mehr oder weniger große Abweichung vom Newton'schen Verhalten einer idealen Flüssigkeit aufweisen, ist es zur Beurteilung des Viskositätsverhaltens von Schmierstoffen jedoch erforderlich, die im Schmierspalt auftretenden hohen Scherfälle von 10^4 bis 10^8 sec^{-1} nachvollziehen zu können, um eine korrekte Aussage über das Fließverhalten des Fluids im Schmierspalt zu ermöglichen. Des Weiteren haben die vorgenannten Viskosimeter den Nachteil, daß damit in der Regel nur die Untersuchung von einzelnen, isolierten Proben unter Laborbedingungen vorgenommen werden kann. Der Einsatz dieser Viskosimeter im Online-Betrieb zur Steuerung von chemischen und physikalischen Prozessen ist deshalb nicht oder nur unter sehr schwierigen Bedingungen möglich.

Es wurde deshalb schon vor einigen Jahrzehnten vorgeschlagen, die Viskosität von Flüssigkeiten mittels schwingender Quarze zu messen. Die den Schwingquarz umgebende Flüssigkeit dämpft die Schwingung, wobei aus der Dämpfung auf die Viskosität der Flüssigkeit geschlossen werden kann. Durch unterschiedliche Schnittrichtungen des Quarzkristalles, bezogen auf die Kristallstruktur, läßt sich das Schwingungsverhalten des Quarzes beeinflussen. Für die Viskositätsmessung besonders geeignet sind Schwingquarze, die so aus dem Quarzkristall geschnitten sind, daß sie eine weitgehend reine Scherschwingung ausführen, d.h. daß eine möglichst reine Scherbewegung an der Oberfläche erzeugt wird und der prozentuale Anteil von Longitudinalwellen klein gehalten wird. Dies gilt z.B. für dünne Längsdeh-

nungsschwinger, die bereits in Forschungslaboren zur Messung von Viskositäten eingesetzt worden sind.

Eine besonders reine Scherschwingung wird von einem Torsionsschwinger, d.h von einem entsprechend geschnittenen zylindrischen Quarzkristall ausgeführt. Diese Kristallform wäre deshalb für die Verwendung in einem Viskosimeter besonders geeignet.

Die Verwendung von Quarzen für ein Viskosimeter stößt jedoch auf eine ganze Reihe von Schwierigkeiten, die dazu geführt haben, daß bis heute weltweit kein funktionsfähiges Viskosimeter, welches auf diesem Meßprinzip aufbaut, im Handel erhältlich ist.

Diese Schwierigkeiten liegen vor allem darin begründet, daß es bislang weder mit Torsionsschwingern noch mit Längsdehnungsschwingern gelungen ist, reproduzierbare Meßergebnisse mit Geräten zu erzielen, die für eine industrielle Anwendung geeignet sind. Die in Forschungslaboren gebauten Quarzviskosimeter zeigen zwar die grundsätzliche Eignung des Meßprinzips für die Viskositätsmessung, es ist jedoch bislang nicht gelungen, ein Viskosimeter und insbesondere den Quarzsensor so zu gestalten, daß eine ausreichende Langzeitstabilität hinsichtlich der Reproduzierbarkeit und Genauigkeit der Meßergebnisse erzielt wird.

Der vorliegenden Erfindung liegt deshalb die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung und ein Verfahren zur Messung der Viskosität unter Verwendung eines zu Schwingungen angeregten Sensors zu schaffen, welche bzw. welches eine genaue und reproduzierbare Messung der Viskosität innerhalb eines weiten Viskositäts- und Temperaturbereiches ermöglicht. Dabei soll das Meßverfahren so beschaffen sein, daß es weitgehend automatisiert und in kurzer Zeit

durchgeführt werden kann, so daß eine Online-Messung der Viskosität und damit ein Einsatz des Meßgerätes innerhalb einer Prozeßsteuerung möglich ist.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch eine Vorrichtung gemäß Anspruch 1 gelöst. Das erfindungsgemäße Verfahren ist Gegenstand des Anspruches 27. Ein Verfahren zur Herstellung des Quarzsensors für die Vorrichtung gemäß Anspruch 1 ist Gegenstand des Anspruches 20.

Zu bevorzugende Ausgestaltungen der Erfindung sind Gegenstand der Unteransprüche.

Mit dem erfindungsgemäßen Viskosimeter wird erstmals eine Meßvorrichtung geschaffen, die, aufbauend auf der Verwendung eines Torsionsschwingers, die zuverlässig reproduzierbare Messung der Viskosität in einem weiten Viskositäts- und Temperaturbereich ermöglicht.

Es hat sich gezeigt, daß die problematische Reproduzierbarkeit, die bei Viskositätsmessungen mit Schwingquarzen generell, d.h. unabhängig von der jeweiligen Form des Sensors beobachtet wird, im wesentlichen von Einflüssen herrührt, die sich aus der Verbindung zwischen den übrigen Teilen der Meßeinrichtung und dem Sensor ergeben.

Bei dem erfindungsgemäßen Viskosimeter erfolgt die Kontaktierung zwischen den auf dem Meßsensor aufgebrachten Elektroden und der eigentlichen Spannungszuführung über metallische Halteelemente, die zum einen den Sensor halten und die zum anderen über eine eingebrannte Metallverbindung eine zuverlässige elektrische Kontaktverbindung von Elektrode und Spannungszuführung bewirken. Bei den bekannten Laborversuchen mit Quarzviskosimetern wurde die Verbindung zwischen den auf dem Quarz angeordneten Elektroden und der Spannungszuführung über eine elektrisch

leitende Klebeverbindung bewirkt. Sobald derartige Quarze jedoch zur Messung in eine Flüssigkeit eingetaucht werden, kann Flüssigkeit in den Kontaktbereich eindiffundieren oder diesen unterwandern und das Meßergebnis verfälschen. Da das Meßsignal des Quarzsensors im Mikro- bzw. Millivoltbereich liegt, können aber bereits geringste Abweichungen in der Kontaktierung das Meßergebnis verfälschen.

Versuche mit dem erfindungsgemäßen Viskosimeter haben gezeigt, daß das Einbrennen einer metallischen Verbindung im Kontaktbereich zwischen metallischem Halteelement und der Elektrode bzw. der Elektrodenverbindung eine absolut zuverlässige Verbindung schafft, die auch nach einer Vielzahl von Betriebsstunden ein unverändertes elektrisches und mechanisches Verhalten zeigt.

In der Beschreibung bevorzugter Ausführungsbeispiele des erfindungsgemäßen Viskosimeters wird ein aus Quarz, d.h. aus SiO_2 bestehender Meßsensor beschrieben. Es wird jedoch darauf hingewiesen, daß die grundlegende physikalische Eigenschaft, die die Viskositätsmessung mit einem Quarzkristall ermöglicht, dessen piezoelektrische Eigenschaft ist. Darunter ist im vorgenannten Fall der sogenannte sekundäre piezoelektrische Effekt zu verstehen, d.h. die Tatsache, daß der Quarzkristall einer mechanischen Deformation unterworfen wird, wenn eine elektrische Spannung an ihn angelegt wird. Als Meßsensor im Sinne der vorliegenden Erfindung kann deshalb nicht nur ein Quarzkristall verwendet werden, es können auch andere Materialien eingesetzt werden, die den gewünschten piezoelektrischen Effekt und ein die Viskositätsmessung ermöglichendes Schwingungsverhalten aufweisen.

Vorzugsweise wird jedoch ein Quarzkristall verwendet, der aus SiO_2 erhöhter Reinheit mit wenig Fehlstellen besteht.

Als Einbrennpräparat wird vorzugsweise ein Silbereinbrennpräparat verwendet, welches bei einer Temperatur von 500 bis 550 °C einbrennt. Die Versuche mit einem solchen Einbrennpräparat wurden unternommen, obwohl in der Fachwelt die Ansicht vertreten wird, daß zu Meßzwecken verwendete Quarze möglichst nicht über eine Temperatur von über 200 °C hinaus erhitzt werden sollen. Tatsächlich hat es sich jedoch gezeigt, daß der Quarzsensor eine Temperatur von bis zu 550 °C, die unter der Curietemperatur von 573 °C liegt, durchaus verträgt, vorausgesetzt daß der Quarzsensor nicht zu großen Temperaturgradienten unterworfen wird.

Die Verwendung eines Einbrennpräparates, das bei dieser hohen Temperatur einbrennt, hat nicht nur den Vorteil, daß die Verbindung mechanisch und elektrisch besonders stabil ist und ein ausgezeichnetes Langzeitverhalten aufweist. Weiterhin wird es dadurch auch möglich, den Quarzsensor in einem Temperaturbereich von bis zu 350 °C einzusetzen, der bisher für Quarzviskosimeter als unerreichbar galt. Der Temperaturbereich bis 350 °C ist aber deshalb für ein Viskosimeter besonders wichtig, da Schmieröle, wie sie z.B. in Getrieben oder in Verbrennungskraftmaschinen verwendet werden, dem Einfluß von hohen und höchsten Temperaturen unterliegen, so daß Viskositätsmessungen in diesem Temperaturbereich benötigt werden. Auch bei verfahrenstechnischen Prozessen, wie z.B. bei der Erdölraffination oder bei der Erzeugung und Verarbeitung von Kunststoffen sind Viskositätsmessungen bei hohen Temperaturen von großer Bedeutung.

Weiterhin hat sich gezeigt, daß das erfindungsgemäße Quarzviskosimeter auch für sehr hohe Drücke in einem Bereich bis zu 10.000 bar eingesetzt werden kann. Dieser Druckbereich ist wichtig, um das Viskositäts-Druckverhalten von Schmierstoffen vorherzusagen, die in elastohydrodynamischen Kontakten, wie sie z.B. bei Zahnrad- und Reib-

getrieben oder bei Wälzlagern, aber auch bei Verformungsprozessen wie z.B. beim Tiefziehen vorliegen, eingesetzt werden.

Die Elektroden des Quarzsensors bestehen vorzugsweise aus einer Edelmetallschicht, d.h. Silber, Platin oder, besonders bevorzugt, Gold. Die Elektroden können aufgedampft werden. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden aber auch die Elektroden mittels eines Einbrennpräparates eingearbeitet. Dadurch wird eine gute und mechanisch besonders stabile Kontaktierung zwischen Elektroden und dem piezoelektrischen Grundkörper erreicht, die das Langzeitverhalten des Sensors ebenfalls positiv beeinflusst.

Der Metallfilm, der auf den Stirnseiten des zylindrischen Meßsensors aufgebracht wird, besteht ebenfalls vorzugsweise aus einer Edelmetallschicht, wobei auch hier vorzugsweise Silber oder Platin, besonders bevorzugt aber Gold eingesetzt wird. Als Material für die metallischen Halteelemente, die bevorzugt als zylindrische Metallstifte teilweise in den Quarz eingelassen werden, hat sich besonders Edelstahl bewährt. Bei der Wahl der metallischen Halteelemente ist zu berücksichtigen, daß der Quarzsensor mit den Halteelementen zumindest bis zur Einbrenntemperatur des Einbrennpräparates erhitzt werden muß. Es ist deshalb besonders darauf zu achten, daß die Ausdehnungskoeffizienten des Materials des Meßsensors und der metallischen Halteelemente einigermaßen übereinstimmen, um hier Probleme zu vermeiden. Eine besonders präzise Anpassung ergibt sich, wenn der Wärmeausdehnungskoeffizient des für den Meßsensor verwendeten Materials in der gleichen Richtung gemessen wird, in der auch die metallischen Halteelemente eingesetzt werden.

Der Quarzsensor mit den metallischen Halteelementen wird vorzugsweise in eine Halteeinrichtung des Viskosimeter-Basiskörpers eingesetzt. Um eine möglichst freie Lage des Meßsensors zu erreichen, andererseits aber lange und insbesondere unterschiedliche Stromübertragungswege zu verhindern, wird der Quarzsensor vorzugsweise über zwei Bügel gehalten, die elektrisch isoliert am Basiskörper des Gehäuses gehalten sind. Die elektrische Isolierung kann durch isolierende Zwischenteile bewirkt werden; als besonders günstig hat es sich jedoch erwiesen, die Haltebügel und die mit ihnen verbundenen Meßdrahtzuleitungen in eine isolierende Masse einzufügen. Dabei wird, zur Erzielung einer hohen Temperaturstabilität, die Verwendung einer keramischen oder einer Glasmasse bevorzugt.

Die Aufnahme des Meßsensors in die Bügel erfolgt vorzugsweise unmittelbar über die metallischen Halteelemente, die z.B. in entsprechende Ausnehmungen des Bügels eingeschoben werden. Eine zusätzliche Sicherung kann vorgesehen werden, um zu vermeiden, daß der Meßsensor bei höheren Strömungsgeschwindigkeiten des zu messenden Fluids aus der Verankerung gerissen wird.

Wie vorstehend erörtert, ist es ein besonderes Anliegen der Erfindung, das Viskosimeter so auszustalten, daß es in einem möglichst breiten Anwendungsbereich ohne weitere Änderungen eingesetzt werden kann. Eine erhebliche Einschränkung der von den Forschungslaboratorien verwendeten Quarzviskosimeter hat sich durch die Beschränkung der physikalischen Eigenschaften des zu messenden Fluides ergeben. Um das Quarzviskosimeter für praktisch alle möglichen Fluide einsetzen zu können, schlägt die Erfindung vor, den Meßsensor und die entsprechenden Zuleitungsteile des Viskosimeters gegenüber dem Meßfluid elektrisch zu isolieren. Dies wird, gemäß einer bevorzugten Weiterbildung der Erfindung, dadurch

erreicht, daß der mit den Elektroden und den Halteelementen versehene Meßsensor mit einer elektrisch isolierenden Schicht überzogen wird. Als besonders geeignet hat sich hier eine Schicht von SiO_2 , d.h. das Quarzmaterial selbst, oder von Al_2O_3 erwiesen. Als besonders günstig hat sich eine Schichtdicke im Bereich von 1 bis 2 μm herausgestellt.

Mit dem derart isolierten Meßsensor ist es möglich, die Viskosität von elektrisch leitfähigen Fluiden zuverlässig zu messen.

Weiterhin ist es durch die Verwendung der Isolierung auch möglich, die Viskosität von Fluiden zu messen, die Bestandteile enthalten, die z.B. die aufgedampften oder eingearbeiteten Metallelektroden angreifen würden.

Durch die elektrische Isolierung wird auch allgemein eine Verbesserung der Reproduzierbarkeit von Viskositätsmessungen bewirkt, da viele Flüssigkeiten durch Bestandteile verunreinigt sind, die teilweise erst während des Gebrauches in die Flüssigkeit gelangen, und durch welche die elektrische Leitfähigkeit der Flüssigkeit beeinflußt wird. Es wird deshalb darauf hingewiesen, daß die Maßnahme der elektrischen Isolierung, insbesondere mit einer 1 bis 2 μm starken SiO_2 - oder Al_2O_3 -Schicht, auch bei nach dem piezoelektrischen Verfahren arbeitenden Viskositätssensoren einsetzbar ist, die von einer Gestaltung gemäß Anspruch 1 abweichen.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform wird der piezoelektrische Grundkörper an seinen beiden umlaufenden Stirnkanten mit einer Rundung versehen, die vorzugsweise im Bereich zwischen 0,5 und 1,5 mm liegt. Dadurch wird der Kontaktübergang von den Stirnflächen zum Zylindermantel verbessert. Weiterhin wird im Falle des Aufbringens,

insbesondere des Aufdampfens eines elektrisch isolierenden Überzuges das Aufbringen im Kantenbereich vereinfacht und der Überzug mechanisch stabiler.

Bei den aus Forschungslaboratorien bekannten Quarzviskosimetern geschieht die Bestimmung der Viskosität, indem die Resonanzfrequenzen des Quarzes unter dem Einfluß des Fluids ermittelt werden. Die Bestimmung der Resonanzfrequenz wird vorgenommen, indem die Frequenz einer am Meßsensor angelegten Wechselspannung so lange verändert wird, bis das relative Maximum des Spannungsabfalls am Quarz festgestellt wird. Die dazu erforderliche Frequenz ist die Resonanzfrequenz des Quarzes unter dem Einfluß der Dämpfung des Fluides und kann zur Berechnung der Viskosität bzw. des Viskositäts-Dichte-Produktes des Fluids herangezogen werden. Dieses bekannte Verfahren hat allerdings den Nachteil, daß die Anpassung der Meßeinrichtung zur Messung von Fluiden mit sehr unterschiedlicher Viskosität nur auf sehr umständliche Weise erfolgen kann.

Um die Genauigkeit der Messung zu verbessern und um insbesondere den Meßbereich des Viskosimeters im Hinblick auf ein universell einsetzbares Meßgerät zu erweitern, schlägt die Erfindung deshalb vor, die Auswerteeinheit so zu gestalten, daß dem Meßsignal des Quarzes eine veränderbare Gleichspannung überlagert werden kann. Vorzugsweise wird die Überlagerung der Gleichspannung über einen Rechner bzw. einen Mikroprozessor gesteuert, der vorzugsweise auch die Auswertung der Messung selbst übernimmt. Innerhalb des Rechenprogrammes werden dann zwei Grenzwerte definiert, bei deren Unter- bzw. Überschreiten die Polarität und/oder der Betrag der überlagerten Gleichspannung so geändert wird, daß die Meßeinrichtung und die Auswerteeinheit jeweils innerhalb ihres optimalen Arbeitsbereiches arbeiten. Damit kann das Viskosimeter ohne jede Veränderung bezüglich seiner Hardware oder Software

zur Viskositätsmessung in einem äußerst weiten Bereich eingesetzt werden, der von gasförmigen Fluiden bis zu sehr zähen Flüssigkeiten reicht, d.h. in einem Viskositätsbereich zwischen 0,01 mPas und 100000 mPas, d.h. von Gasen, wie z.B. Luft bis hin zu sehr zähen Flüssigkeiten und pastösen Stoffen. Die Überlagerung der Gleichspannung geschieht vorzugsweise über einen programmierbaren Spannungsteiler, wobei die Überlagerung dann unmittelbar in einem Effektivgleichrichter vorgenommen werden kann, der dem Meßsensor nachgeschaltet ist.

Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird dem üblicherweise hochohmigen Meßsensor ein Impedanzwandler nachgeschaltet, der in möglichst geringer Entfernung zum Meßsensor angebracht ist. Dadurch wird die Wirkung der die Messung erschwerenden Parallelkapazitäten geringer und der Sensor insgesamt unanfälliger gegen Störeinflüsse von außen. Weiterhin wird der Einfluß der nachfolgenden Kabellängen wesentlich vermindert.

Die Abmessungen eines aus Quarz bestehenden Meßsensors liegen vorzugsweise zwischen einer Länge von 35 bis 100 mm und einem Durchmesser von 4 bis 12 mm. Die kürzeren Längen und die kleineren Durchmesser sind insbesondere zur Messung von niedrigeren Viskositäten (Gase) geeignet.

Weitere Vorteile, Merkmale und Anwendungsmöglichkeiten der vorliegenden Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung eines Ausführungsbeispiels im Zusammenhang mit den Figuren. Darin zeigen:

Fig.1 eine perspektivische Ansicht eines Meßsensors zum Einbau in Viskosimeter nach den Ausführungsbeispielen der Fig. 4 bis 7;

- Fig. 2** eine teilweise geschnittene Seitenansicht des Meßsensors gemäß Fig. 1;
- Fig. 3** eine Stirnansicht des Meßsensors gemäß Fig. 1;
- Fig. 4** eine teilweise geschnittene Seitenansicht eines Ausführungsbeispiels eines Viskosimeters gemäß der vorliegenden Erfindung;
- Fig. 5** eine Frontansicht des Viskosimeters gemäß Fig. 4;
- Fig. 6** eine schematische Darstellung des Einbaus eines Viskosimeters gemäß den Fig. 4 und 5 in ein Rohrleitungssystem;
- Fig. 7** ein zweites Ausführungsbeispiel eines Viskosimeters gemäß der vorliegenden Erfindung;
- Fig. 8** ein Blockschaltbild einer Auswerteeinheit mit dem Meßsensor als Bestandteil des Viskosimeters gemäß den Fig. 4 bis 7.

Zunächst wird die Herstellung des Quarzsensors in bezug auf die Fig. 1 bis 3 beschrieben.

Die Figuren zeigen den fertig kontaktierten Quarzsensor 1, der mittels eines Quarzkristalles 2 hergestellt wurde. Der aus chemisch weitgehend reinem SiO_2 bestehende Quarzkristall wurde in x-Richtung aus einem Einkristall geschnitten, wie dies in der DE-Z. "Tribologie + Schmierungs-technik", Jahrgang 1988, Seite 256 beschrieben ist. Der Quarzkristall weist insgesamt vier Elektroden 5, 5' und 6, 6' auf, die entlang des Zylindermantels parallel zu seiner Achse angeordnet sind. Die Elektroden 5, 5' und die Elektroden 6, 6' liegen einander jeweils exakt gegenüber

und sind gegeneinander um einen Winkel von exakt 90 Grad versetzt. Alle Elektroden weisen in Umfangsrichtung gesehen die gleiche Breite auf und sind so dimensioniert, daß die von den Elektroden bedeckte Umfangsfläche des Zylinders etwa gleich groß ist wie die frei bleibende Umfangsfläche. Die Elektroden bestehen aus Metall, im vorliegenden Fall aus Gold, welches durch Aufdampfen oder eine andere geeignete Technik als sehr dünne Schicht auf den Quarz aufgebracht ist.

Die einander gegenüberliegenden Elektroden 5, 5' bzw. 6, 6' sind jeweils an einer Stirnfläche 3, 3' des Quarzkristalles mit einem Kontaktband 7, 8 verbunden, welches ebenfalls als dünne Metallschicht ausgeführt ist. Im dargestellten Ausführungsbeispiel weist das Kontaktband in etwa die gleiche Breite auf wie die Elektroden und besteht auch aus dem gleichen Material, nämlich Gold.

An beiden Seiten des Quarzkristalles ist konzentrisch zur Zylinderachse ein erster Metallstift 9 und auf der gegenüberliegenden Stirnfläche ein zweiter Metallstift 10 in den Kristall eingelassen. Die Metallstifte 9, 10 bestehen aus einer Edelstahllegierung und haben sowohl die Aufgabe, den Quarzkristall so zu halten, daß seine Schwingung möglichst wenig behindert wird, als auch den elektrischen Kontakt zu den Elektroden herzustellen.

Das Verfahren zur Herstellung des Quarzsensors wird nun nachfolgend im einzelnen beschrieben:

Verwendet wird ein Sweptquarz mit einer minimalen Anzahl von Fehlstellen. Der Quarz ist exakt zylindrisch, weist aber im Übergang Zylindermantel-Stirnfläche eine Abrundung mit einem Radius von 1 mm auf.

Dieser Quarz wird poliert, und anschließend werden sowohl die Elektroden auf dem Zylindermantel als auch der Metallfilm auf der Stirnfläche aufgedampft bzw. eingebrannt und ebenfalls poliert. Das Metall von Elektroden und Metallfilm ist vorzugsweise Gold.

Danach wird der Kristall von beiden Stirnseiten aus zentrisch auf eine Tiefe von 3 mm angebohrt. Anschließend werden die Stifte in den Quarzkristall eingeklebt. Die Stifte bestehen aus einem Edelstahl, dessen Ausdehnungskoeffizient im wesentlichen dem Ausdehnungskoeffizienten des Quarzkristalles entspricht, wobei die Ausdehnungsrichtung des Kristalles berücksichtigt werden muß. Zum Einkleben der Metallstifte wird ein hochtemperaturbeständiger Zwei-Komponenten-Keramik-Kleber auf SiO_2 -Basis verwendet, wie er z.B. von der Firma Kager GmbH in Frankfurt, Bundesrepublik Deutschland, geliefert wird. Nachdem die Keramikklebung luftgetrocknet wurde, wird ein Silber-Einbrennpräparat mittels eines Pinsels im Bereich des Überganges zwischen dem Metallstift und der Stirnfläche des Quarzkristalles aufgetragen. Ein derartiges Einbrennpräparat weist einen Lackanteil auf, der bei Einbrenntemperatur rückstandsfrei verbrennt und eine mit steigender Temperatur immer dichter versinterte Metallschicht ergibt. Ein solches Silber-Einbrennpräparat kann z.B. von der Firma Demetron GmbH, Hanau, Bundesrepublik Deutschland, bezogen werden. Es hat sich gezeigt, daß ein Silberanteil von ungefähr 68 % zu bevorzugen ist.

Versuche mit dem Auftragen haben ergeben, daß optimale Resultate erzielt werden, wenn die dickste Stelle des Auftragens des Silber-Einbrennpräparates unter 0,5 mm liegt.

Der so bearbeitete Quarzkristall wird dann langsam im Ofen unter Luftsauerstoff auf 550 °C aufgeheizt, wobei die

Aufheizgeschwindigkeit vorzugsweise 75 °C pro Stunde beträgt. Nach dem Erreichen der Maximaltemperatur von 550 °C wird diese vorzugsweise für 0,5 Stunden konstant gehalten. Anschließend wird der Quarzkristall auf Raumtemperatur abgekühlt, wobei wiederum ein maximaler Temperaturgradient von 75 °C pro Stunde eingehalten wird.

Versuche haben ergeben, daß eine optimale Wirkung erzielt wird, wenn der vorbeschriebene Einbrennvorgang mindestens dreimal wiederholt wird.

Nach der Beendigung des Einbrennens und der Abkühlung des Quarzsensors wird das eingekochte Metallpräparat poliert, wobei optimale Ergebnisse bei einer Rauhtiefe $\leq 0,5 \mu\text{m}$ erzielt wurden. Der so hergestellte Quarzsensor kann nun zur Messung in ein Viskosimeter eingesetzt werden.

Soll der Quarz in einer elektrisch leitfähigen Flüssigkeit eingesetzt werden, kann er gemäß einer bevorzugten Ausgestaltung der vorliegenden Erfindung elektrisch passiviert werden. Dies geschieht erfindungsgemäß, indem der Quarz allseitig mit einer elektrisch nicht leitenden Beschichtung mit SiO_2 oder Al_2O_3 versehen wird. Die Schicht wird in einer Bedampfungseinrichtung auf den polierten Quarzsensor aufgebracht und weist eine Schichtdicke von 1 bis $2 \mu\text{m}$ auf.

Mit Bezug auf die Fig. 4 und 5 wird nun ein erstes Ausführungsbeispiel eines erfindungsgemäßen Quarzviskosimeters beschrieben, in dem der erfindungsgemäß hergestellte Quarzsensor verwendet wird.

Das dargestellte Viskosimeter ist derart konzipiert, daß es mittels eines (in Deutschland genormten) T-Rohrstückes in eine vorhandene Rohrleitung eingesetzt werden kann. Dadurch kann das Quarzviskosimeter problemlos zur Viskositätsmes-

sung in chemischen und physikalischen Prozessen eingesetzt werden.

Das Quarzviskosimeter weist einen runden Flansch 20 auf, der über (nicht dargestellte) Bohrungen und eine Dichtung mit dem Normflansch eines T-Rohrstückes verschraubt werden kann. An dem Flansch ist ein rohrförmiger Stutzen 21 vorgesehen, der mehrere Bohrungen 22 aufweist. Auf der vom Flansch 20 abgewandten Seite ist der Stutzen 21 mit einer rechteckigen Platte 23 abgedeckt. Der Stutzen 21 und die darin befindlichen Bohrungen 22 dienen dem Explosions-schutz, falls das Viskosimeter in Verbindung mit explosionsgefährdeten Flüssigkeiten verwendet wird.

In eine Gewindebohrung 26 am Stutzen 21 ist eine (nicht dargestellte) Kabelverschraubung eingesetzt, durch die die Meßkabel zur (nicht dargestellten) Auswerteeinheit geführt sind. Die Auswerteeinheit wird vorzugsweise unmittelbar auf der rechteckigen Platte 23 angeordnet.

Im Flansch 20 ist eine Bohrung 24 vorgesehen, in der ein zylindrisches Rohr 25 eingeschweißt ist.

Der eigentliche Meßkopf 27 weist einen dicken ersten Bügel 28 und einen zweiten, dünnwandigen Bügel 29 auf. Zwischen diesen beiden Bügeln ist ein Quarzsensor 3, der wie in den Fig. 1 bis 3 dargestellt aufgebaut ist, federnd gehalten. Dazu weist der dickwandige Bügel eine Sackbohrung 31 und der dünnwandige Bügel eine Durchgangsbohrung 32 auf. Die Bohrungen nehmen die Metallstifte 9, 10 des Quarzsensors auf. Die Bohrung 32 des Bügels 29 ist so bemessen, daß eine mit einer Aufnahmeöffnung für den Metallstift des Quarzsensors versehene Befestigungseinheit 33, bestehend aus einer Schraube und einer Mutter, aufgenommen werden kann.

Die beiden Bügel 28, 29 sind auf ihrer vom Quarzsensor abgewandten Seite rechtwinklig abgewinkelt und in einer Halterung 34 geführt. In dieser Halterung sind die beiden Bügel mit den (nicht dargestellten) Zuleitungen zur Stromspeisung des Quarzes verbunden. Die beiden Bügel 28, 29 sind im verdrahteten Zustand mit einer Keramik- bzw. Glasmasse 35 in die Halterung 34 eingegossen. Dadurch wird eine sichere elektrische Isolation und eine zuverlässige Abdichtung erzielt. Die Meßleitungen, die nicht dargestellt sind, werden durch das Rohr 25 in den rohrförmigen Stutzen geführt und mit der in Fig. 4 und 5 nicht gezeigten Auswerteeinheit verbunden.

Die vorstehend beschriebenen Teile des Quarzviskosimeters bestehen im wesentlichen aus Stahl bzw. Edelstahl, wodurch gleichzeitig eine gute elektrische Abschirmung des Quarzsensors erreicht wird.

Um die elektrische Abschirmung des Quarzsensors und der Zuleitungen weiter zu verbessern, und um eine reproduzierbare Anströmung des Quarzes in einem strömenden Fluid zu erhalten, ist eine zusätzliche metallische Abdeckung 37, 38 vorgesehen, wobei die in Strömungsrichtung vorne liegende Abdeckung 37 über die Achse des Quarzsensors hinaus geführt und eine Vielzahl von konzentrisch zur Zylinderachse des Quarzes angebrachte Bohrungen 39 aufweist. Diese Bohrungen bewirken, daß die strömende Flüssigkeit turbulenzarm am zylindrischen Quarzsensor entlangströmt. Dabei wird die Einbaurichtung des beschriebenen Viskosimeters so gewählt, daß die Zylinderachse des Quarzsensors im wesentlichen parallel zur Hauptströmungsrichtung liegt.

Die Fig. 6 zeigt den Einbau des Viskosimeters gemäß den Fig. 4 und 5 in ein T-förmiges Rohrstück 40. Wie der Darstellung zu entnehmen ist, liegt die Zylinderachse des Quarzsensors 3 nicht nur parallel zur Strömungsrichtung,

sondern fällt mit der Achse des zylindrischen Durchströmungskanals zusammen. In der Darstellung sind auch Durchführungen 42, 42' zu erkennen, durch die die (nicht dargestellten) Meßleitungen, die die Auswerteeinheit mit dem Quarzsensor verbinden, durch den unteren Flansch 20 geführt sind. Diese Durchführungen sind mit einer elektrisch isolierenden Masse, vorzugsweise einer temperaturbeständigen Glas- oder Keramikmasse, vergossen. Es ist darauf hinzuweisen, daß der obere Bereich des in Fig. 6 dargestellten Viskosimeters geringfügig von dem Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 4 und 5 abweicht, da hier das Rohr 25 nicht unmittelbar an den Flansch 20 geschweißt, sondern in der Halteeinrichtung 43 eingeschweißt ist, die mit dem Flansch 20 verschraubt ist.

Ein zweites Ausführungsbeispiel des erfindungsgemäßen Quarzviskosimeters zeigt in einem Teilschnitt die Fig. 7. Dieses Viskosimeter ist als Labor- oder Handviskosimeter gestaltet und dafür vorgesehen, von einer Bedienungskraft teilweise in die zu messende Flüssigkeit eingetaucht zu werden. Der Meßkopf dieses Viskosimeters ist in sehr ähnlicher Weise gestaltet wie der Meßkopf 27 des in bezug auf die Fig. 4 und 5 beschriebenen Viskosimeters und bedarf deshalb keiner weiteren Erläuterung. Zur Vereinfachung wurden für die Teile, die mit den Teilen der Fig. 4 und 5 identisch oder weitestgehend identisch sind, die gleichen Bezugszeichen verwendet.

Bei diesem Ausführungsbeispiel wird eine zylindrische Abdeckhaube 45 verwendet, die den eigentlichen Meßkopf 46 des Viskosimeters vollständig abdeckt. Dadurch kann das Viskosimeter auf einfache Weise abgestellt werden und ist auch während des Gebrauchs optimal gegen Beschädigungen geschützt. Da die Abdeckhaube nach unten hin offen ist, genügen zwei kreisförmige Bohrungen 47, 47' in der Abdeckhaube, deren Achsen parallel zur Zylinderachse des

Quarzkristalles sind und im wesentlichen im Bereich der (in Fig. 7) oberen Scheitellinie des Zylindermantels des Quarzkristalles liegen.

Im Unterschied zur Gestaltung gemäß der vorher beschriebenen Ausführungsform sind hier die beiden Bügel 28, 29 in keramische Isolierblöcke 50, 50' bzw. 51, 51' eingeführt und mit diesen durch eine nur schematisch angedeutete Verschraubung 52, 53 verschraubt.

Eine Positionsänderung der Isolierblöcke 50, 50', 51, 51' und der beiden Bügel wird durch die formschlüssigen Verspannungselemente 58, 58' verhindert. Diese Verspannungselemente werden mit dem Meßkopf durch über eine (nicht dargestellte) Verschraubung verbunden.

Im Bereich des Quarzsensors ist weiterhin ein Temperatursensor 55 vorgesehen, der ein übliches Thermoelement, vorzugsweise jedoch ein PT 100 Widerstandselement ist.

Der Meßkopf 46 mit der Abdeckhaube 45 ist mittels eines Ringes 56 mit einer rohrförmigen Halterung 57 versehen, die zum Halten des Viskosimeters durch die Bedienungskraft dient.

Die Zuführungen des Speisestroms zu den Bügeln bzw. die Erfassung der Meßsignale des Temperatursensors geschehen bzw. geschieht über (nicht dargestellte) Meßleitungen, die durch die innere Öffnung der Halterung geführt sind. Vorzugsweise werden insbesondere die Durchführungen der Meßleitungen mit einer Keramikmasse oder mit Glas vergossen, um die Durchführung abzudichten und um Kapazitätsänderungen bei einer Lageänderung der Meßkabel auszuschließen.

Auch bei diesem Viskosimeter sind die Abdeckhaube, der Handgriff und die elektrisch nicht isolierten Befestigungs-teile aus Metall ausgebildet, um eine optimale elektrische Abschirmung zu erreichen.

Die Auswertung der mit den vorbeschriebenen Quarzviskositern aufgenommenen Meßsignale setzt eine komplexe Analyse des Schwingungsverhaltens von Quarzschwinger in dämpfenden Fluiden voraus. Eine derartige Analyse ist in der Dissertation Berthold Bode: "Entwicklung eines Quarzviskometers für Messungen bei hohen Drücken", Technische Universität Clausthal, 1984 enthalten. Auf den Seiten 5 bis 153 dieser Druckschrift ist im einzelnen dargelegt, wie die mit einem Quarzsensor (im dortigen Fall handelt es sich um einen Längsdehnungsschwinger) erfaßten Meßsignale zur Bestimmung der Viskosität der Flüssigkeit herangezogen werden können. Nach dem dort beschriebenen Verfahren wird anhand der theoretischen Analyse ein Zusammenhang zwischen der Viskosität und der Dichte des zu messenden Fluids und der für die Flüssigkeit bestimmten Resonanzfrequenz des Quarzes, sowie der Resonanzfrequenz des Quarzes im ungedämpften Zustand im Vakuum und einer apparaatespezifischen Konstante ermittelt.

Zur Bestimmung der Viskosität ist es demnach erforderlich, die Resonanzfrequenz des Quarzsensors zu bestimmen, wenn dieser vollständig vom zu messenden Fluid benetzt ist. Die Messung mit dem vorbeschriebenen Quarzviskosimeter wird durchgeführt, indem der Quarzsensor mit einer Wechselspannungsquelle verbunden wird, die eine sinusförmige Wechselspannung mit veränderlicher Frequenz liefert. Mittels eines hochauflösenden Voltmeters wird die Frequenz bestimmt, bei der die Spannungsamplitude des Quarzes ein relatives Maximum erreicht. Dies ist die Resonanzfrequenz, aus der dann durch eine entsprechende Umrechnung die gesuchte Viskosität bestimmt werden kann.

Eine Auswerteeinheit, die die Bestimmung dieser Meßgrößen automatisch durchführt, wird nun in bezug auf die Fig. 8 beschrieben. Es wird darauf hingewiesen, daß die in Anspruch 1 genannte Wechselspannungsquelle bei diesem Ausführungsbeispiel unmittelbar in die Auswerteeinheit integriert ist.

Das gezeigte Ausführungsbeispiel weist einen Mikroprozessor 70 auf, der als Einplatinencomputer mit einer Z80-CPU aufgebaut ist.

Der Mikroprozessor ist über Datenleitungen, die nur schematisch angedeutet sind, mit zwei Speichereinheiten, nämlich einem EPROM 71 und einem RAM 72 verbunden.

Das EPROM 71 mit einer Kapazität von 32 kByte enthält das Programm zur Steuerung des Mikroprozessors 70, das, vorzugsweise gepufferte, RAM 72 dient als Arbeitsspeicher für den Mikroprozessor.

Über eine erste Schnittstelle 75 ist der Mikroprozessor 70 mit einem Synthesizer 76 verbunden. Dieser Synthesizer empfängt die Zeitsignale der System Clock 77 und gibt ein Ausgangssignal an einen Treiber 78 ab, der unmittelbar mit je zwei gegenüberliegenden Elektroden des Quarzsensors 3 in Verbindung steht. Der Synthesizer 76 ist im vorliegenden Fall, zur Vereinfachung des Meßaufbaus, ein einfacher Rechteckgenerator. Statt der rechteckförmigen Wechselspannung kann aber auch eine sinusförmige Wechselspannung verwendet werden.

Das Ausgangssignal der beiden gegenüberliegenden Elektroden des Quarzsensors 30 wird mittels eines Effektivwert-Gleichrichters 80 gleichgerichtet und einem A/D-Wandler 81 zugeführt. Da das Spannungssignal des

Quarzes sehr gering ist, weist der A/D-Wandler 81 vorzugsweise eine Auflösung von 20 Mikrovolt auf.

Gemäß einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird zwischen dem Quarzsensor, der ein hochohmiges Ausgangssignal liefert, und dem Effektivwert-Gleichrichter 80 ein Impedanz-Wandler 79 zwischen geschaltet. Dieser Impedanzwandler wird vorzugsweise so nahe wie möglich am Meßsensor, d.h. im Meßkopf angeordnet und verringert für die Auswertung nachteilige Parallelkapazitäten und die Wirkung von äußeren Einflüssen, die sonst die Messungen stören könnten.

Das Signal des A/D-Wandlers 81 wird über eine zweite Schnittstelle 82 wieder dem Mikroprozessor zugeführt.

Die Auswerteeinheit soll erfindungsgemäß einen großen Meßbereich aufweisen, der im Bereich zwischen 0,01 mPas bis 100000 mPas liegen soll. Die erfindungsgemäße Auswerteeinheit weist deshalb eine Einrichtung auf, die es erlaubt, den Meßbereich des Quarzviskosimeters automatisch an die jeweilige Flüssigkeit anzupassen.

Zu diesem Zweck ist der Mikroprozessor, beim Ausführungsbeispiel ebenfalls über die erste Schnittstelle 75, mit einem programmierbaren Spannungsteiler 85 verbunden. Das Ausgangssignal des Spannungsteilers wird der gemessenen Spannung als Offsetspannung überlagert. Der A/D-Wandler 81 verarbeitet deshalb in diesem Fall die Summe aus der eigentlichen Meßspannung und der Offsetspannung.

Der Mikroprozessor 75 kann mit verschiedenen Möglichkeiten versehen werden, die aufgenommenen Meßergebnisse auszugeben.

Bei komplexeren Prozeßsteuerungen kann das Mikroprozessorsystem unmittelbar über eine entsprechende Schnittstelle mit einem übergeordneten Steuerrrechner verbunden werden. An diesen Steuerrrechner gibt der Mikroprozessor dann die gefundenen Viskositätsdaten weiter und empfängt entsprechende Steuersignale.

Eine weitere Möglichkeit, die alternativ oder zusätzlich verwendet werden kann, ist die Ausgabe von Steuersignalen aus dem Mikroprozessorsystem an einen programmierbaren Regler 88. Der programmierbare Regler kann dann über einen alternativen Spannungs- oder Stromausgang bzw. über einen Grenzwertmelder mit einem Stellglied 89 verbunden werden, welches unmittelbar in den jeweiligen Prozeß eingreift.

Schließlich ist es noch möglich, die berechneten Viskositätswerte sowie gegebenenfalls weitere Informationen unmittelbar über ein LCD- oder LED-Display 90 auszugeben, welches ebenfalls mit dem Mikroprozessor verbunden ist.

Die Funktion dieser Auswerteeinheit ist nun wie folgt:

Das System wird über ein entsprechendes Signal gestartet und lädt das zur Auswertung benötigte Programm in den Arbeitsspeicher 72. Auf Grundlage dieses Programms wird über die erste Schnittstelle 75 ein Signal an den Synthesizer 76 ausgegeben, der in Verbindung mit dem Timer-Signal der Systemuhr 77 über den Treiber 78 den Quarzsensor mit einer Spannung mit einer vom Programm vorgegebenen Frequenz beaufschlagt. Das Spannungssignal des Quarzes wird über den Effektivwert-Gleichrichter 80 und den A/D-Wandler 81 als Digitalwert an das Mikroprozessorsystem zurückgeführt. Die Frequenz wird nun durch das Programm so lange geändert, bis das Spannungsmaximum ermittelt ist. Aus diesem Spannungsmaximum wird, auf Grundlage der im Programm vorgegebenen Auswertegleichungen, die Viskosität bzw. das

Produkt aus Viskosität und Dichte ermittelt und über das Display 90 angezeigt bzw. zur weiteren Verarbeitung oder Prozeßsteuerung herangezogen.

Stellt der Mikroprozessor anhand des Programmes fest, daß die vom A/D-Wandler gelieferten Signale unterhalb eines minimalen Grenzwertes oder oberhalb eines maximalen Grenzwertes liegen, wird ein Befehl an den programmierbaren Spannungsteiler 85 gegeben, die Offsetspannung zu verändern, bis das Meßsignal innerhalb der vorgegebenen Grenzwerte bleibt.

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Vorrichtung zur Messung der Viskosität von Fluiden mit einem Meßsensor, welcher einen zylinderförmigen piezoelektrischen Grundkörper mit vier, am Zylindermantel parallel zur Zylinderachse in gleichem Winkelabstand zueinander angeordneten Elektroden aufweist, einer Halteinrichtung, in der der Meßsensor gehalten ist, einem Basiskörper, an dem die Halteinrichtung befestigt ist, einer Wechselspannungsquelle, deren Spannung den Elektroden des Meßsensors zugeführt wird, um diesen zu Torsionsschwingungen anzuregen, einer Auswerteeinheit, welche die elektrische Reaktion des Meßsensors auf die angelegte Wechselspannung erfaßt und daraus einen Kennwert zur Ermittlung der Viskosität des den Meßsensor umgebenden Fluids bestimmt,

dadurch gekennzeichnet,

daß an jeder Stirnseite des zylindrischen Grundkörpers des Meßsensors jeweils zwei einander gegenüberliegende Elektroden über einen auf die Stirnseite aufgebrachten Metallfilm miteinander verbunden sind,
daß an jeder Stirnseite ein axial nach außen vor-springendes metallisches Halteelement in den piezoelektrischen Grundkörper eingelassen ist und daß eine elektrisch leitfähige Verbindung zwischen dem metallischen Halteelement und dem Metallfilm über eine Metall enthaltende Schicht erfolgt, die bei erhöhter Temperatur im Verbindungsreich zwischen Halteelement und Metallfilm eingebrannt ist.

**ERSATZBLATT
ISA/EP**

2. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Metall enthaltende Schicht eine Silber-Einbrennverbindung ist, die vorzugsweise bei einer Temperatur von 450 bis 550 °C eingebrannt ist.
3. Vorrichtung gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der auf die Stirnseiten des zylindrischen piezoelektrischen Meßsensors aufgebrachte Metallfilm aus einem Edelmetall, vorzugsweise aus Gold oder Platin besteht.
4. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Elektroden als Film aus einem Edelmetall, vorzugsweise Gold oder Platin ausgebildet sind, wobei das Material der Elektroden und das Material des auf den Stirnseiten angeordneten Metallfilms vorzugsweise identisch ist.
5. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die metallischen Haltelemente aus Edelstahl bestehen, welche in eine koaxial zu dessen Zylinderachse verlaufende Bohrung des Grundkörpers eingelassen sind und vorzugsweise mit dem Grundkörper mittels eines temperaturbeständigen Klebstoffes verklebt sind.
6. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Grundkörper des Meßsensors aus Quarz, das heißt aus SiO₂ besteht, welches vorzugsweise eine erhöhte chemische Reinheit aufweist.
7. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Halteinrichtung zwei im wesentlichen symmetrisch zum Meßsensor angeord-

nete Bügel aufweist, in welchen die Halteelemente des Meßsensors befestigt sind.

8. Vorrichtung gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Bügel mit einer oder mehreren isolierenden Zwischenlagen am Basiskörper befestigt sind.
9. Vorrichtung gemäß Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Bügel mit einem Verbindungsteil des Basiskörpers mit einer temperaturbeständigen, isolierenden Masse, welche vorzugsweise aus Glas oder Keramik besteht, vergossen sind.
10. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß eine metallische Abdeckung am Basiskörper vorgesehen ist, welche den piezoelektrischen Meßsensor teilweise und mit einem Abstand umgibt, und welche mit Öffnungen versehen ist, durch die das zu messende Fluid den Meßsensor umströmen kann.
11. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß am Basiskörper weiterhin ein Temperatursensor, vorzugsweise ein temperaturabhängiger Widerstand, angeordnet ist.
12. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Basiskörper mit einer Flanschplatte versehen ist, durch die der Basiskörper mit dem Meßsensor in ein mit einem Flansch versehenes Rohrstück eingesetzt und verschraubt werden kann.
13. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Meßsensor einschließlich der darauf aufgebrachten Metallschichten

mit einem elektrisch nicht leitenden Überzug versehen ist.

14. Vorrichtung gemäß Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Überzug aus SiO_2 besteht.
15. Vorrichtung gemäß Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Überzug aus Aluminiumoxid, d.h. Al_2O_3 besteht.
16. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Halteeinrichtung und alle Teile der Stromzuführung zum Meßsensor gegenüber dem zu messenden Fluid elektrisch isoliert sind.
17. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Auswerteeinheit einen Prozessor, vorzugsweise einen Mikroprozessor aufweist, durch den die Erzeugung der an den Meßsensor anzulegenden Wechselspannung gesteuert und das Meßsignal ausgewertet wird.
18. Vorrichtung gemäß Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß ein vom Prozessor gesteuerter Spannungsteiler vorgesehen ist, durch den dem Meßsignal eine veränderbare Gleichspannung überlagert wird.
19. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß der zylindrische Grundkörper des Meßsensors im Übergangsbereich zwischen Zylindermantel und Stirnflächen eine Abrundung mit einem Radius von vorzugsweise 0,5 bis 1,5 mm aufweist.
20. Verfahren zur Herstellung eines Meßsensors für ein Quarzviskosimeter gemäß Anspruch 1, gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte:

- Schneiden eines zylindrischen Grundkörpers aus einem Einkristall mit piezoelektrischen Eigenschaften, in einer eine reine Torsionsschwingung ermöglichen Schnittrichtung;
- Polieren des piezoelektrischen zylindrischen Grundkörpers;
- Aufbringen von vier filmartigen Metallelektroden auf den Zylindermantel des Grundkörpers, welche jeweils die gleiche Breite und den gleichen Winkelabstand zueinander aufweisen, in einer Winkelanordnung, welche die Erzeugung von Torsionsschwingungen ermöglicht;
- Aufbringen eines Metallfilms, vorzugsweise aus Edelmetall, auf beide Stirnflächen des Grundkörpers, welcher jeweils zwei andere, sich auf dem Grundkörper gegenüberliegende Elektroden miteinander verbindet, wobei dieser Metallfilm so angeordnet ist, daß er die Zylinderachse des Grundkörpers überdeckt;
- Zentrisches Anbohren beider Stirnseiten des Grundkörpers;
- Einsetzen von metallischen Halteelementen in die Bohrungen an den Stirnseiten;
- Auftragen eines metallischen Einbrennpräparates im Kontaktbereich zwischen Metallfilm und Halteelementen;
- Einbrennen des Metallpräparates.

21. Verfahren gemäß Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß das Aufbringen der Elektroden und das Aufbringen des Metallfilms an den Stirnseiten durch Aufdampfen eines Edelmetalles erfolgt.
22. Verfahren gemäß Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß das Aufbringen der Elektroden und das Aufbringen des Metallfilms an den Stirnseiten durch Einbrennen eines Edelmetallpräparates erfolgt.
23. Verfahren gemäß Anspruch 20 oder 22, dadurch gekennzeichnet, daß die eingebrannte Metallverbindung nach dem Einbrennen poliert wird, und zwar vorzugsweise auf eine Rauhtiefe $R_t \leq 0,5 \mu\text{m}$.
24. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 20 bis 23, dadurch gekennzeichnet, daß der piezoelektrische Grundkörper aus Quarz, d.h. SiO_2 besteht und daß das Einbrennen bei einer Temperatur von zwischen 450 und 550 °C erfolgt.
25. Verfahren gemäß Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß als Einbrennpräparat ein Silber-Einbrennpräparat verwendet wird, welches eine Einbrenntemperatur im Bereich zwischen 500 und 550 °C aufweist und welches vorzugsweise einen Silberanteil von über 60 % aufweist.
26. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 20 bis 25, dadurch gekennzeichnet, daß das Einbrennen der Metallverbindung in einem Ofen erfolgt, wobei der Meßsensor mit einem Temperaturgradienten von maximal 75 °C pro Stunde auf die Einbrenntemperatur erhitzt, 30 Minuten auf Einbrenntemperatur gehalten und anschließend mit einem Temperaturgradienten von maximal - 75 °C pro Stunde auf Raumtemperatur abgekühlt wird.

27. Verfahren zur Messung der Viskosität eines Fluides, insbesondere mit einer Vorrichtung gemäß Anspruch 1, wobei ein mit Elektroden versehener, als Torsions-schwinger ausgebildeter piezoelektrischer Meßsensor in das zu messende Fluid eingetaucht und die Frequenz ermittelt wird, bei der eine an die Elektroden des Meßsensors angelegte Wechselspannung ihren Maximalwert erreicht, dadurch gekennzeichnet, daß dem Spannungssignal des Meßsensors eine veränderbare Gleichspannung überlagert wird.
28. Verfahren gemäß Anspruch 27, dadurch gekennzeichnet, daß die Polarität und der Betrag der überlagerten Spannung so gewählt ist, daß das durch die Überlagerung erhaltene Gesamt signal innerhalb eines vorgegebenen Bereiches liegt.
29. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 26 bis 28, dadurch gekennzeichnet, daß dem Meßsensor ein Impedanzwandler nachgeschaltet ist, durch den das hochohmige Signal des Meßsensors in ein niederohmiges Signal gewandelt wird.

1/6

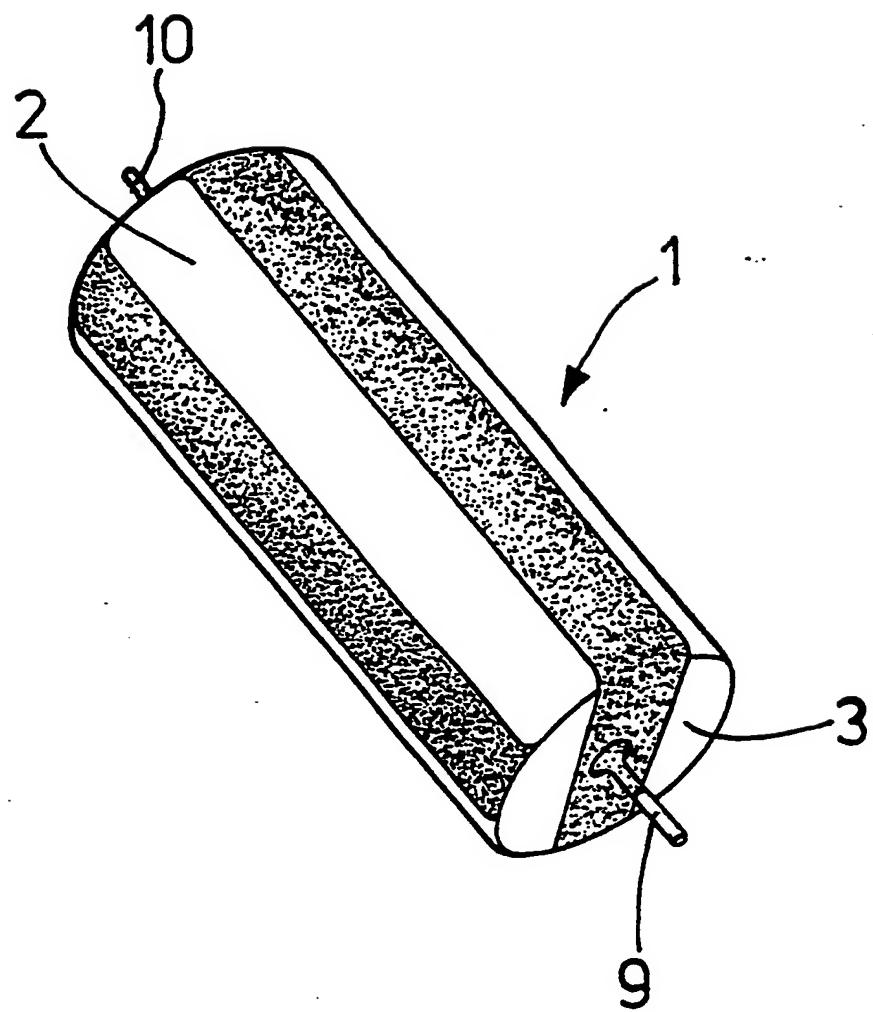


Fig.1

2/6

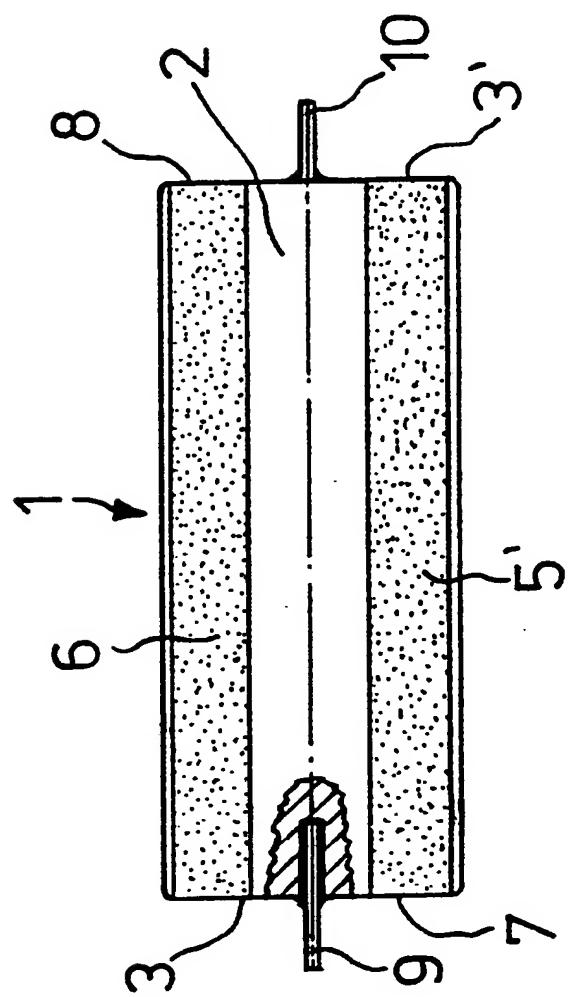


Fig. 2

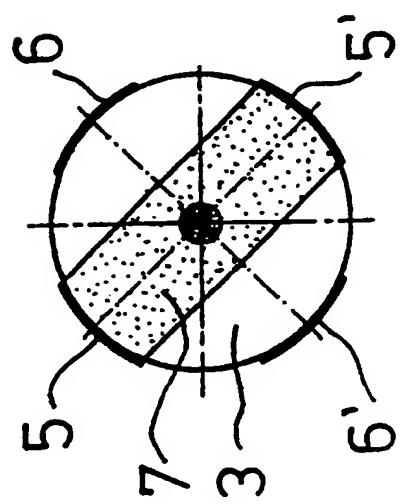


Fig. 3

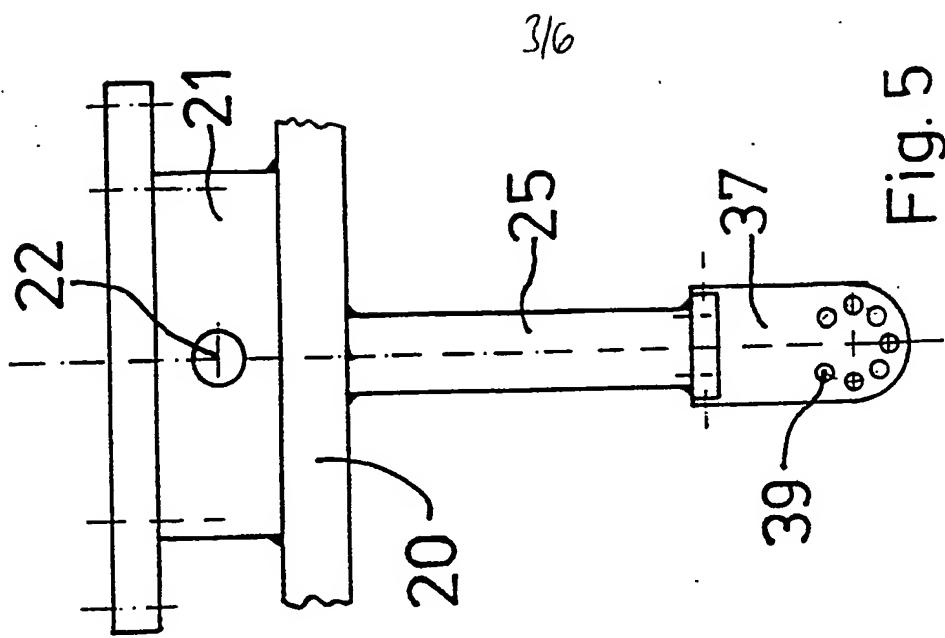


Fig. 5

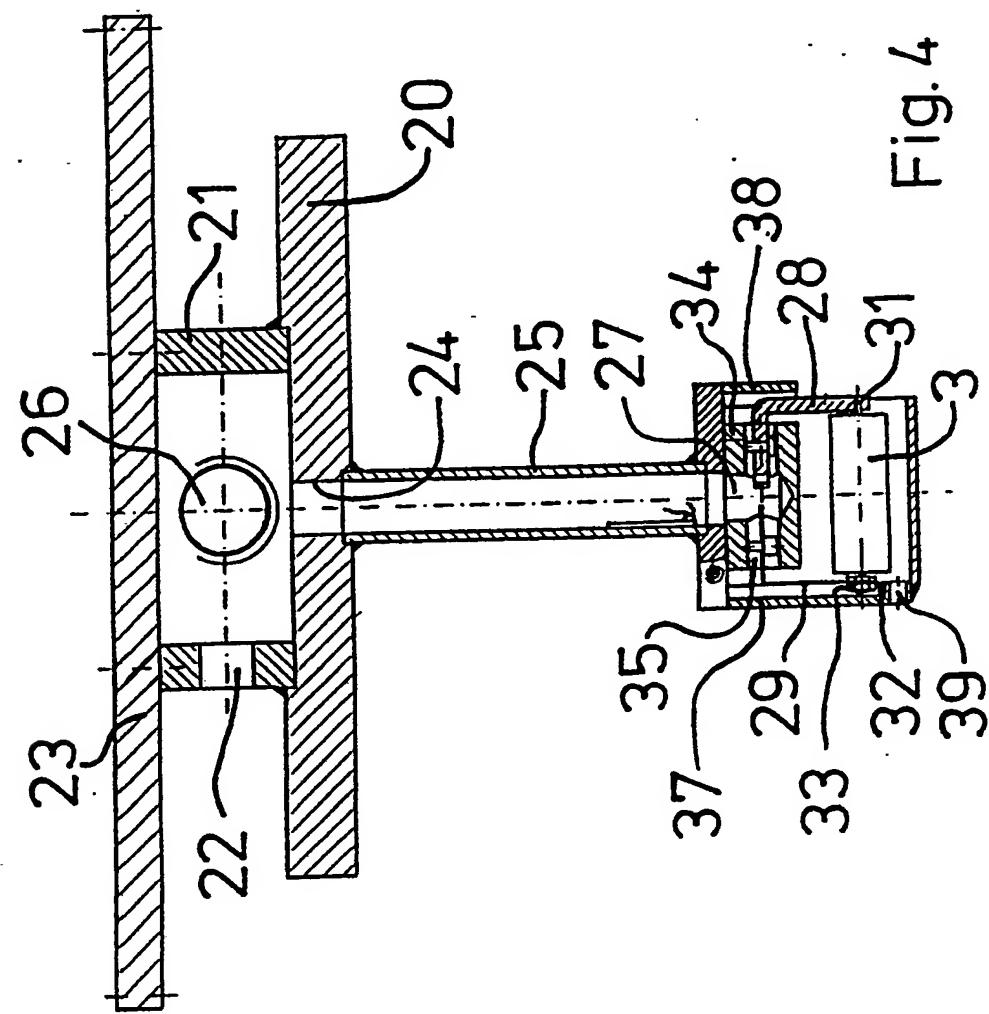
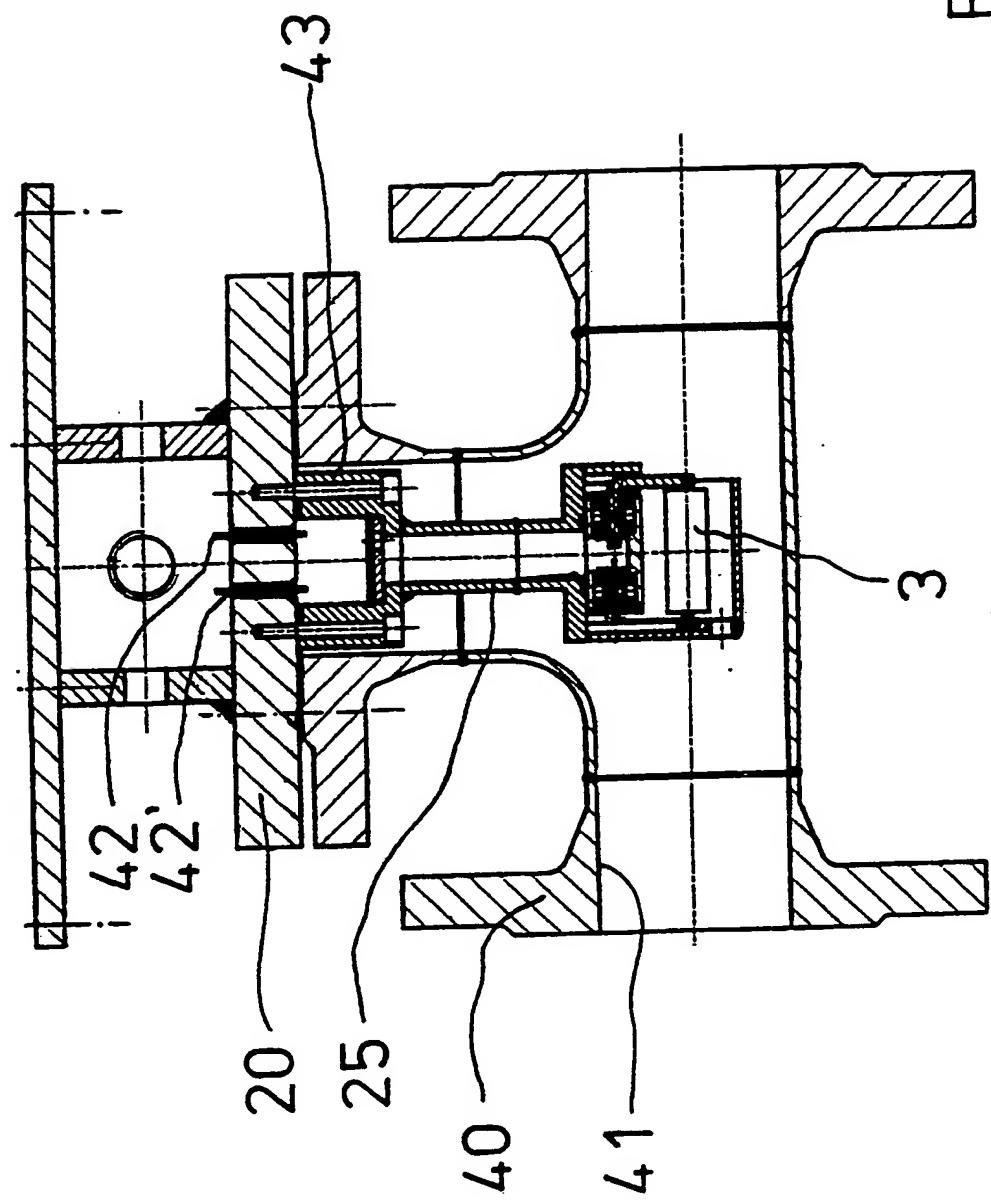


Fig. 4

4/6

Fig. 6



5/6

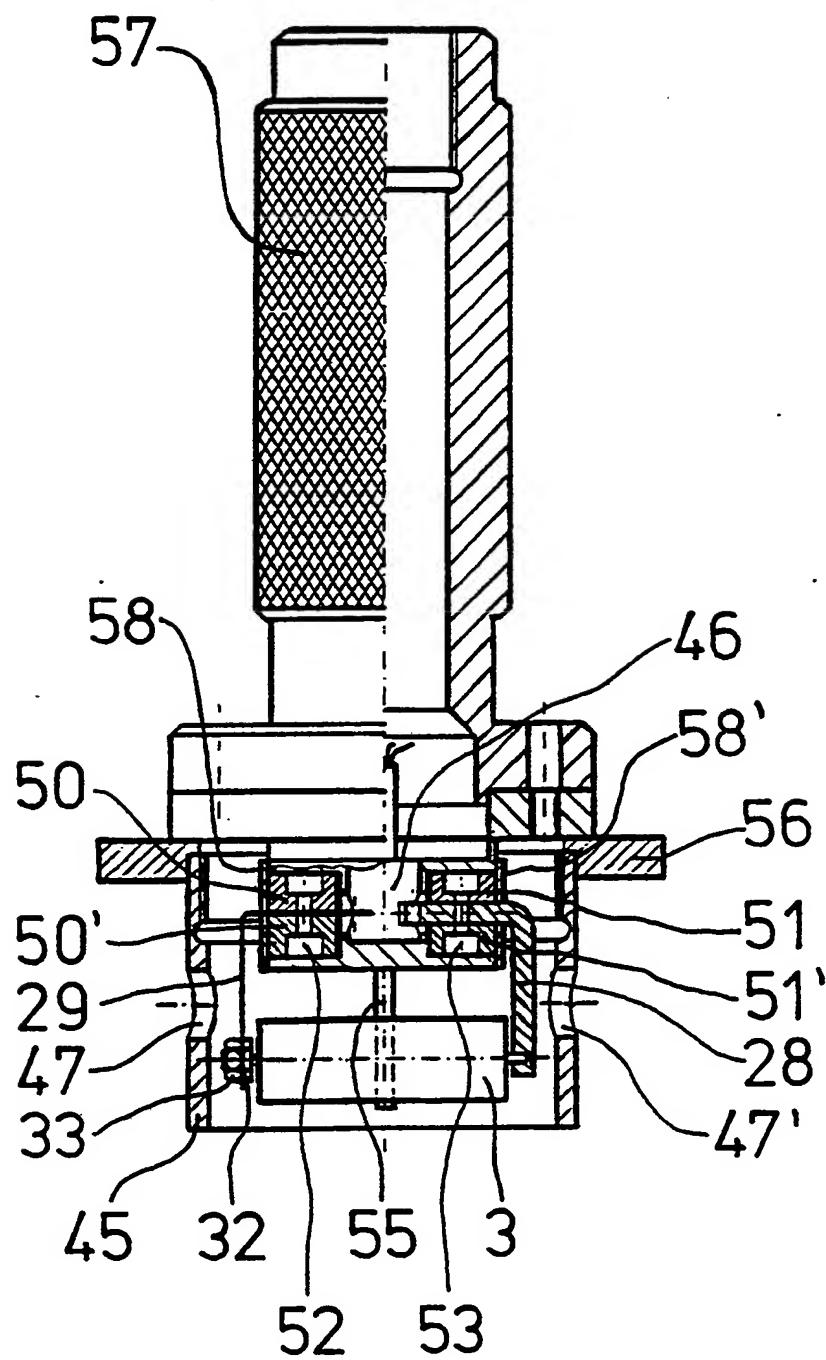


Fig. 7

6/6

८५

